

W 2255 - 01

PARTIALLY OR ENTIRELY BLOCKED POLYISOCYANATE, PRODUCTION OF THE COMPOUND, AND TRANSPARENT OR PIGMENTED POWDER COATING MATERIAL**Publication number:** JP11140158**Also published as:****Publication date:** 1999-05-25 DE19731392 (A1)**Inventor:** WENNING ANDREAS DR**Applicant:** HUELS CHEMISCHE WERKE AG**Classification:**

- **international:** C08G18/10; C07D249/08; C08G18/42; C08G18/48;
C08G18/58; C08G18/62; C08G18/64; C08G18/72;
C08G18/74; C08G18/75; C08G18/78; C08G18/79;
C08G18/80; C09D5/03; C09D5/46; C09D171/02;
C09D175/04; C07D249/00; C08G18/00; C09D5/03;
C09D5/46; C09D171/00; C09D175/04; (IPC1-7):
C08G18/42; C08G18/48; C08G18/58; C08G18/62;
C08G18/64; C08G18/80; C08G18/10; C08G18/72;
C08G18/75; C08G18/78; C08G18/79; C09D5/03;
C09D175/04

- **European:** C08G18/74; C08G18/80B3D4C; C08G18/80H4D;
C09D171/02

Application number: JP19980204925 19980721**Priority number(s):** DE19971031392 19970722[Report a data error here](#)**Abstract of JP11140158**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polyisocyanate having a high latent isocyanate content and high reacting by reacting the isocyanate groups of norbornane diisocyanate or a mixture thereof with aliphatic and/or aliphatic (alicyclic) polyisocyanates with a specified amount of a blocking agent. **SOLUTION:** To a norbornane diisocyanate or a mixture thereof with aliphatic polyisocyanate and/or an aliphatic (alicyclic) polyisocyanates, 0.5-1.2, advantageously 0.8- mol, per equivalent of NCO, of a blocking agent and 0.01-3.0 mass%, especially 0.01-1.0 mass% compound which catalyzes the polyaddition of an isocyanate are added. The resulting mixture is reacted at 0-150 deg.C in the presence or absence of a solvent with a static mixer or a static kneader to partially or entirely block isocyanate groups of the polyisocyanate to obtain a polyisocyanate having a content of blocked NCO groups of 5-25%, desirably, 10-20%.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-140158

(43)公開日 平成11年(1999) 5月25日

(51)Int.Cl.⁶C 08 G 18/80
18/10
18/72
18/75
18/78

識別記号

F I

C 08 G 18/80
18/10
18/72
18/75
18/78W
Z
Z

審査請求 未請求 請求項の数26 O.L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平10-204925

(22)出願日 平成10年(1998) 7月21日

(31)優先権主張番号 19731392.2

(32)優先日 1997年 7月22日

(33)優先権主張国 ドイツ (D E)

(71)出願人 390009173

ヒュールス アクチエンゲゼルシャフト
ドイツ連邦共和国、デ-45764 マルル、
パウル-ハウマンーストラーゼ、1

(72)発明者 アンドレアス ヴェニング

ドイツ連邦共和国 ノットウルン バスト
ールスカンプ 12

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外3名)

(54)【発明の名称】 部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート、該化合物の製造法、および透明かまたは
顔料着色された粉末塗料

(57)【要約】

【課題】 高い潜伏性イソシアネート含量および高い反応性を有する、新規の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート、該化合物の製造法ならびに該化合物から製造されるPUR-粉末塗料の提供。

【解決手段】 ノルボルナンジイソシアネートまたはノルボルナンジイソシアネートと脂肪族ポリイソシアネートおよび/または脂肪族(脂環式)ポリイソシアネートとからなる任意の混合物を含有し、遮断剤を用いてイソシアネート基を遮断している、部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【効果】 塗膜は、傑出した塗料工業の特性、殊に可撓性および耐候性を有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 本質的にノルボルナンジイソシアネートまたはノルボルナンジイソシアネートと脂肪族ポリイソシアネートおよび／または脂肪族O(脂環式)ポリイソシアネートとからなる任意の混合物を含有し、NCO1当量当たり遮断剤0.5モル～1.2モルが使用される程度にこれらのイソシアネート基が遮断されている、部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項2】 脂肪族ジイソシアネートおよび脂肪族(脂環式)ジイソシアネートとして、1, 6-ジイソシアネートヘキサン(HDI)、2-メチル-1, 5-ジイソシアネートベンタン(MPD1)、2, 2, 4-もししくは2, 4, 4-トリメチルジイソシアネートヘキサン(TMD1)、ジシクロヘキシルメタン-4, 4'-ジイソシアネート(HMD1)および1-イソシアナート-3, 5, 5-トリメチル-3-イソシアネートメチルシクロヘキサン(IPD1)を使用する、請求項1記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項3】 ポリイソシアネートが、水、線状または分枝鎖状のポリオールおよび／またはポリアミンを用いて連鎖延長されている、請求項1または2記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項4】 連鎖延長剤として、エチレングリコールおよびトリメチロールプロパンを使用する、請求項1から3までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項5】 ウレタン構造、ウレトジオン構造、イソシアヌレート構造、カルボジイミド構造、ビウレット構造またはアロファナート構造を有するポリイソシアネートを含有している、請求項1から4までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項6】 遮断剤として、アセトンオキシム、メチルエチルケトオキシムおよびアセトフェノンオキシム、ε-カブロラクタム、アセト酢酸エチルエステル、マロン酸ジエチルエステル、ジイソプロピルアミン、3, 5-ジメチルピラゾール、1, 2, 4-トリアゾール、グリコール酸ブチルエステルおよびベンジルメタクリロヒドロキサメートを含有している、請求項1から5までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項7】 5～25%の遮断されたNCO基の含量を有する、請求項1から6までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項8】 10～20%の遮断されたNCO基の含量を有する、請求項1から7までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート。

【請求項9】 請求項1から8までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート

を製造する方法において、ノルボルナンジイソシアネートまたはノルボルナンジイソシアネートと脂肪族ポリイソシアネートおよび／または脂肪族(脂環式)ポリイソシアネートとからなる任意の混合物を含有するポリイソシアネートのイソシアネート基を、0～150℃の温度で、NCO1当量当たり遮断剤0.5モル～1.2モルが反応するように変換する、部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネートの製造法。

【請求項10】 溶剤を用いてかまたは溶剤を用いずに反応器中で非連続的に、または静的混合機または静的混練機中で連続的に、ポリイソシアネートを製造する、請求項9記載の方法。

【請求項11】 二軸押出機中でポリイソシアネートを製造する、請求項10記載の方法。

【請求項12】 反応のため触媒を、使用される出発物質に対して0.01～3.0質量%の濃度で使用する、請求項9から11までのいずれか1項記載の方法。

【請求項13】 反応のため触媒を、使用される出発物質に対して0.01～1.0質量%の濃度で使用する、請求項9から11までのいずれか1項記載の方法。

【請求項14】 触媒として有機錫化合物を使用する、請求項9から13までのいずれか1項記載の方法。

【請求項15】 触媒として第三アミンを使用する、請求項9から13までのいずれか1項記載の方法。

【請求項16】 触媒として錫-11-オクトエート、ジブチル錫ジラウレート(DBTL)、1, 5-ジアザビシクロ[4.3.0]ノン-5-エン(DBN)、1, 4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン(DABC-O)、1, 8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデセ-7-エン(DBU)、4-(ジメチルアミノ)-ピリジン(DMAP)およびトリエチルアミンを使用する、請求項9から15までのいずれか1項記載の方法。

【請求項17】 透明かまたは顔料着色された粉末塗料において、イソシアネート基と反応可能な官能基を有するポリマーとの組合せ物の形の請求項1から8までのいずれか1項記載の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネートからなる透明かまたは顔料着色された粉末塗料。

【請求項18】 ヒドロキシル基含有ポリマーとの組合せ物である、請求項17記載の粉末塗料。

【請求項19】 ポリエーテル、ポリエステル、ポリウレタン、ポリアクリレートおよびエポキシ樹脂との組合せ物である、請求項18記載の粉末塗料。

【請求項20】 他の添加剤および助剤を含有する、請求項17から19までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項21】 1:0.5～1:1.2、有利に1:0.8～1:1.1、殊に1:1のOH/NCO比が基礎となっている、請求項17から20までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項22】 本発明によるポリイソシアネートから

なる既に含有されている、触媒量を含めて0.03~3質量%の濃度で触媒を含有する、請求項17から21までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項23】触媒として有機錫化合物を含有している、請求項17から22までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項24】触媒としてアミンを含有している、請求項17から23までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項25】ヒドロキシル基含有ポリマーとして、OH官能価2以上、OH価20~200mgKOH/g、160°Cでの粘度60000mPa·s未満および70°Cを上回り、120°C以下の融点を有するポリエステルを使用する、請求項17から24までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【請求項26】ヒドロキシル基含有ポリマーとして、OH官能価2以上、OH価30~150mgKOH/g、160°Cでの粘度40000mPa·s未満および75~100°Cの融点を有するポリエステルを使用する、請求項17から25までのいずれか1項記載の粉末塗料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高い潜伏性イソシアネート含量および高い反応性を有する、新規の部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネート、該化合物の製造法ならびに該化合物から製造されるPUR-粉末塗料に関する。

【0002】

【従来の技術】部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネートと、40°Cを上回る軟化点を有するヒドロキシル基含有ポリマーとを基礎とする、熱時に硬化可能なPUR-粉末塗料は、公知技術水準に属し、かつ例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第2105777号、同第2542191号、同第2735497号(米国特許第4246380号明細書に対応)、同第2842641号、同第3004876号、同第3039824号または同第3128743号明細書中の記載のように、文献中に多様に記載されている。

【0003】PUR-粉末塗料は、本来ヒドロキシル基を有する成分と、NCO基が遮断剤によって部分的または全体的に遮断されているポリイソシアネートとからなり、その結果、OH/NCO-重付加重合反応は140°Cを下回る温度では開始することができない。140°C以上に加熱後に初めて、この種のPUR-粉末塗料は実際に適応した時間で、遮断剤の再分離下およびOH基とNCO基との反応下に、塗膜へと架橋することができる。

【0004】NCO基を一時的に保護するためのポリイソシアネートの遮断は、久しく公知の作業法であり、かつ例えばHouben-Weyl, Methoden der organischen Che

mie XIV 2, 61ページ以降に記載されている。

【0005】PUR-粉末塗料の製造には、多数の遮断剤からなるNCO成分を遮断するためε-カプロラクタムが用いられた。ドイツ連邦共和国特許出願公開第2105777号明細書中には、一連の利点に基づき、ε-カプロラクタムを用いて遮断されたイソホロンジイソシアネート(IPDI)のアダクトが、粉末塗料のための硬化剤として強調されている。

【0006】ドイツ連邦共和国特許出願公開第2542191号明細書は、IPDIと、ε-カプロラクタムと、ジオールおよびトリオールからなる混合物であるポリオールとからなる遮断されたポリイソシアネート、ならびに熱時に硬化可能な粉末状の被覆材料を製造するための該ポリイソシアネートの使用に関する。

【0007】ドイツ連邦共和国特許出願公開第2735497号および同第2842641号明細書中には、ヒドロキシル基含有ポリエステル、ポリアクリレートまたはエポキシ樹脂を基礎とする粉末状PUR塗料が記載されており、この硬化剤成分はε-カプロラクタムによって遮断された、IPDI-イソシアヌレートとモノマーIPDIとからなる混合物である。

【0008】ドイツ連邦共和国特許出願公開第3004876号明細書中には、定義されたOH/NCO比で、IPDIおよびポリオールのアダクトからなる、ε-カプロラクタムを用いて遮断されたポリイソシアネートの特許の保護が請求されている。

【0009】ドイツ連邦共和国特許出願公開第3143060号明細書中には、脂肪族ジアミンを用いてIPDIを連鎖延長し、引続きε-カプロラクタム遮断することによって得られる反応生成物を硬化剤成分として保持するPUR-粉末が記載されている。

【0010】ε-カプロラクタムを用いて遮断されたこれらのIPDI誘導体から、適当なヒドロキシル化合物を用いて焼き付ける場合、簡単な取り扱いで良好な流展、高い硬度および可撓性ならびに良好な耐薬品性を示す塗料が得られる。しかしこのPUR-粉末塗料の欠点は、約180~200°Cの焼き付け温度である。

【0011】他のポリイソシアネート用遮断剤を選択することによって、硬化温度が低い水準にあるPUR-粉末塗料が製造されることができる。即ち、例えばオキシム(ドイツ連邦共和国特許出願公開第2200342号、同第3312028号、欧州特許第0432257号、米国特許第3857818号明細書もしくはPowder Coatings Bulletin, 1994年12月、2ページ)、トリアゾール(ドイツ連邦共和国特許出願公開第2812252号明細書)、環状アミジン(ドイツ連邦共和国特許出願公開第2744721号明細書)または第二アミン(ドイツ連邦共和国特許出願公開第3434881号明細書)が遮断剤として使用された。

【0012】これらの全てのPUR-粉末塗料硬化剤中

では、ポリイソシアネートとして脂肪族および脂肪族（脂環式）構造のジイソシアネートが記載されており、これはHouben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 第14/2巻、61ページ以降、およびJ. Liebigs Annalen der Chemie、第562巻、75~136ページ中に挙げられている。いずれにせよ工業的に容易に入手可能なジイソシアネートである、ジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアネート（MHD I）および殊に3-イソシアナートメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシルイソシアネート（IPDI）が一般に用いられている。

【0013】IPDIおよびHMDIは約37もしくは32%のNCO含量を有する。架橋剤の改善された経済性にとっては、ジイソシアネートの高いNCO含量は利点であったことであろう。その上、特にIPDI架橋剤は比較的高粘度であり、このことはしばしば被覆の進行中に不利な影響を及ぼす。その上、IPDIと比較して粉末塗料中で高められた反応性を有するポリイソシアネートが求められる。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】したがって本発明の課題は、公知技術水準の欠点を有しない、遮断剤を含有するPUR-粉末塗料を見い出すことであった。

【0015】

【課題を解決するための手段】この課題は、粉末塗料架橋剤がノルボルナンジイソシアネート（NBDI）を含有することによって解決された。

【0016】したがって本発明の対象は、本質的にノルボルナンジイソシアネート、またはノルボルナンジイソシアネートと脂肪族ポリイソシアネートおよび/または脂肪族（脂環式）ポリイソシアネートとからなる任意の混合物を含有する、部分的または全体的に遮断されたポリイソシアネートであり、それらのイソシアネート基は、NCO 1当量当たり遮断剤0.5~1.2モルが使用される程度に遮断されている。

【0017】特に有利には、本発明を実施するための出発物質として、ウレタン基および/またはイソシアヌレート基を有する、ノルボルナンジイソシアネート（NBDI）の誘導体、および/または1,6-ジイソシアネートヘキサン（HDI）、2-メチル-1,5-ジイソシアネートベンタン（MPDI）、2,2,4-トリメチルジイソシアネートヘキサンもしくは2,4,4-トリメチルジイソシアネートヘキサン（TMDI）、ジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアネート（HMDI）および1-イソシアナート-3,5,5-トリメチル-3-イソシアナートメチルシクロヘキサン（IPDI）とのこれらの混合物の誘導体である。

【0018】原理的にポリイソシアネートを遮断するため使用可能な遮断剤には、例えばフェノール、例えばフェノールおよびp-クロルフェノール、アルコール、例

えばベンジルアルコール、オキシム、例えばアセトンオキシム、メチルエチルケトキシム、シクロペントノンオキシム、シクロヘキサンオキシム、メチルイソブチルケトキシム、メチル-*t*-ブチルケトキシム、ジイソプロピルケトキシム、ジイソブチルケトキシム、アセトフェノンオキシム、N-ヒドロキシ化合物、例えばN-ヒドロキシスクシニミドおよびヒドロキシピリジン、ラクタム、例えばε-カプロラクタム、CH酸性の化合物、例えばアセト酢酸エステルおよびマロン酸エステル、アミン、例えばジイソプロピルアミン、少なくとも1個のヘテロ原子を有する複素環式化合物、例えばメルカプタン、ピペリジン、ピペラジン、ピラゾール、イミダゾール、トリアゾールおよびテトラゾール、α-ヒドロキシ酸エステル、例えばグリコール酸エステルおよびヒドロキサム酸エステル、例えばベンジルメタクリロヒドロキサメートが含まれる。1つの一覧は例えば、ゼノW. ウィックス(Zeno W. Wicks), Jr., Progress in Organic Coatings 3 (1975) 73~79, 9 (1981) 3~28中に見出される。

【0019】遮断剤として特に好適には、アセトンオキシム、メチルエチルケトキシム、アセトフェノンオキシム、ε-カプロラクタム、アセト酢酸エチルエステル、マロン酸ジエチルエステル、ジイソプロピルアミン、3,5-ジメチルペラゾール、1,2,4-トリアゾール、グリコール酸ブチルエステルおよびベンジルメタクリロヒドロキサメートである。

【0020】もちろんこれらの遮断剤の混合物も使用されてよい。

【0021】本発明による化合物は、5~25%、有利に10~20%の遮断されたNCO基の含量を示す。この化合物の融点は約50~150°Cの広い範囲内にある。これらは溶剤含有1成分系PUR-焼き付け塗料および溶剤不含のPUR-粉末塗料の製造に適当である。ポリイソシアネートの遮断は、装入されたポリイソシアネートの物質中、ならびに溶剤中で実施されてよい。ポリイソシアネートの溶剤不用の製造は、反応器中で不連続的に行なうことができるか、または静的混合機または静的混練機中、殊に二軸押出機中で連続的に行われる。

【0022】溶剤としては、ポリイソシアネートと反応しないものだけ、例えばケトン、例えばアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロペントノン、シクロヘキサン；芳香族化合物、例えばトルオール、キシロール、クロルベンゾール、ニトロベンゾール；環状エーテル、例えばテトラヒドロフラン；エステル、例えば酢酸メチル、酢酸n-ブチル；脂肪族クロル炭化水素、例えばクロロホルム、テトラクロル炭素ならびに非プロトン性溶剤、例えばジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシドが該当する。

【0023】遮断剤は、NCO基1個に対して、遮断剤

0.5~1.2モル、有利に0.8~1モルとなるよう
な、ポリイソシアネートとの割合で使用される。

【0024】ポリイソシアネートと遮断剤との反応は、
一般に0~150°Cの温度範囲で実施される。遮断を迅速かつ完全に実施するためには、さらに高い反応温度が有利である。他方、反応温度は遮断されたポリイソシアネートの分解温度を少なくとも10°Cだけ下回らなければならない。有利には、分解温度を15~35°Cだけ下回る温度範囲である。

【0025】遮断反応の場合、イソシアネートー重付加を促進する触媒、例えば金属塩、金属錯体および/または第三アミンは、硬化可能な組成物の重量に対して、約0.01~3.0質量%、特に0.01~1.0質量%の量で使用されてよい。適当な触媒は、例えば錫-11-オクトエート、ジブチル錫ジラウレート(DBTL)、1,5-ジアザビシクロ[4.3.0]ノン-5-エン(DBN)、1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン(DABCO)、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデセ-7-エン(DBU)、4-(ジメチルアミノ)-ピリジン(DMAP)およびトリエチルアミンである。

【0026】また、本発明の範囲内でのポリイソシアネートとしては、前述のモノマー、主に二官能性ポリイソシアネートと、イソシアネート化学の場合に常用の連鎖延長剤、例えば水、ポリオールおよびポリアミンとの反応によって得られるようなアダクトが意味されるべきである。この種の化合物は、例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第2707660号明細書中にまとめられている。この場合、連鎖延長剤はジイソシアネートに対して不足量で使用され、即ち反応生成物は、平均で少なくとも2個のイソシアネート基を含有している。

【0027】適当なポリオールは、例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第1957483号、同第2105777号、同第2542191号および同第2738270号明細書中に記載されている。即ち、例えばジオールであるエチレングリコール、プロパンジオール-(1,2)およびプロパンジオール-(1,3)、2,2-ジメチルプロパンジオール-(1,3)、ブタンジオール-(1,4)、ヘキサンジオール-(1,6)、2-メチルペンタンジオール-1,5、2,2,4-トリメチルヘキサンジオール-(1,6)、2,4,4-トリメチルヘキサンジオール-(1,6)、ヘプタンジオール-(1,7)、ドデカンジオール-(1,12)、オクタデセン-9,10-ジオール-(1,12)、チオジグリコール、オクタデカンジオール-(1,18)、2,4-ジメチル-2-プロピルヘプタンジオール-(1,3)、ブテンジオール-(1,4)、ブチンジオール-(1,4)、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トランスター-1,4-シクロヘキサンジメタノールおよびシス-1,

4-シクロヘキサンジメタノール、トリオールであるグリセリン、ヘキサントリオール-(1,2,6)、1,1,1-トリメチロールプロパンおよび1,1,1-トリメチロールエタン、およびテトラオールであるペンタエリトリットが適当である。本発明の範囲内のポリオールは、また250~2000の分子量を有する分枝鎖状または有利には線状のヒドロキシル基含有ポリエステルである。これらのポリエステルは、例えばジカルボン酸を用いてジオールを縮合することによって製造されてよい。これらの製造は、例えば欧洲特許第0669353号明細書中に記載されている。もちろん前記のポリオールの混合物も使用されてよい。

【0028】好ましいのは、分子量が350未満であるポリオール、特にエチレングリコールおよびトリメチロールプロパンである。

【0029】連鎖延長に適当なポリアミンの中からは、例えばエチレンジアミン-1,2、プロピレンジアミン-1,2、プロピレンジアミン-1,3、ブチレンジアミン-1,2、ブチレンジアミン-1,3、ブチレンジアミン-1,4、ならびに1個または複数のC₁~C₄アルキル基をも有していてよいヘキサメチレンジアミンが挙げられるべきである。さらにジ二級ジアミンも使用されてよく、例えばこれは公知の方法で相応するジ二級ジアミンから、カルボニル化合物、例えばケトンまたはアルデヒドとの反応、および引き続く水素添加、またはアクリル酸エステルのジ一級ジアミンの付加によって得られる。

【0030】しかし二量体化、三量体化、カルボジイミド化およびアロファナート形成ならびにビウレット化による、例示的に挙げられたポリイソシアネート、特に簡単なノルボルナンジイソシアネートまたは脂肪族ジイソシアネートおよび/または脂肪族(脂環式)ジイソシアネートとのノルボルナンジイソシアネートの混合物の分子増大も極めて有利であり、これらは例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第3030513号および同第3739549号明細書(二量体化)、英国特許第1391066号明細書、ドイツ連邦共和国特許出願公開第2325826号、同第2916201号、同第2929150号および同第3644684号明細書(三量体化)、ドイツ連邦共和国特許出願公開第3600766号明細書(カルボジイミド化)、欧洲特許第0496208号および同第0524500号明細書(アロファナート形成)、ドイツ連邦共和国特許出願公開第2261065号、同第2308015号、同第2437130号および同第3007679号明細書(ビウレット化)の記載により明示されている。

【0031】連鎖延長剤が使用される場合、不活性溶剤中ポリイソシアネートの溶液に、前記の種類のポリオールおよび/またはポリアミンが20~110°C、有利に40~80°Cで添加され、かつ使用される連鎖延長剤の

反応性水素原子1個当たり、NCO基1個が反応されるまで、この温度で後加熱される。ポリイソシアネートとポリオールとの反応を促進するため、ポリイソシアネートを遮断する際に使用されるものと同一の触媒が、有利に同一の百分率の量含分で使用されてよい。触媒として特に好適であるのは、ジブチル錫ジラウレートである。ポリイソシアネートとポリアミンとの反応の場合、一般に触媒の添加は不必要である。

【0032】さて、本発明により連鎖延長された化合物の製造のため、第1工程の反応生成物—連鎖延長されたポリイソシアネートの溶液—は、次の遮断剤との反応工程において不变の温度で反応される。この場合、2つの化合物は連鎖延長されたポリイソシアネートの溶液に少量ずつ添加される。添加終了後、反応が完了するまで後加熱される。その後、溶剤除去は真空中での蒸留によって行われる。

【0033】しかし同様に、連鎖延長前にポリイソシアネートの遮断を行うか、またはポリイソシアネートと遮断剤および連鎖延長剤からなる混合物とを反応させることも可能である。

【0034】さらに本発明の対象は、本発明による化合物から製造される1成分系PUR—塗料、殊にPUR—粉末塗料である。

【0035】PUR—粉末塗料を製造するための有利な反応成分としては、硬化工程中に温度および時間に依存してイソシアネート基と反応するような官能基、例えばヒドロキシル基、カルボキシル基、メルカプト基、アミノ基、ウレタン—(チオ)—尿素基を有する化合物が該当する。ポリマーとしては、重合体、重縮合体および重付加化合物が使用されてよい。

【0036】有利な成分は、第一にはポリエーテル、ポリチオエーテル、ポリアセタール、ポリエステルアミド、分子中にヒドロキシル基を有するエポキシ樹脂、アミノラストおよびその多官能性アルコールとの変性生成物、ポリアゾメチン、ポリウレタン、ポリスルホニアミド、メラミン誘導体、セルロースエステルおよびセルロースエーテル、部分酸化されたビニルエステルの単独重合体および共重合体、しかし殊にポリエステルおよびアクリレート樹脂である。

【0037】使用されるヒドロキシル基含有ポリエステルは、OH官能価2以上、OH価20~200mg KOH/g、有利に30~150mg KOH/g、160°Cで粘度60000mPa·s未満、有利に40000mPa·s未満、および70°Cを上回り、120°C以下、有利に75~100°Cの融点を有さなくてはならない。

【0038】ポリエステルの製造に有利なカルボン酸は、脂肪族、脂環式、芳香族および/または複素環式の性質を有していてよく、かつ場合によってはハロゲン原子で置換されており、および/または不飽和であってよい。このための例としては、次のものが挙げられる：こ

はく酸、アジピン酸(As)、コルク酸、アゼライン酸、セバシン酸、フタル酸、テレフタル酸(Ts)、イソフタル酸(Is)、トリメリット酸、ピロメリット酸、テトラヒドロフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸、ヘキサヒドロテレフタル酸、ジクロルフタル酸およびテトラクロルフタル酸、エンドメチレンテトラヒドロフタル酸、グルタル酸、マレイン酸およびフマル酸もしくは入手可能な場合には—これらの無水物、テレフタル酸ジメチルエステル(DMT)、テレフタル酸—ビス(グリコールエステル)、さらに環式モノカルボン酸、例えば安息香酸、p-t-ブチル安息香酸またはヘキサヒドロ安息香酸。

【0039】多価アルコールとしては、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール-1.2およびプロピレングリコール-1.3、ブチレングリコール-1.4およびブチレングリコール-2.3、ジ-β-ヒドロキシエチルブタンジオール、ヘキサンジオール-1.6、オクタンジオール-1.8、ネオペンチルグリコール、シクロヘキサンジオール、ビス-(1.4-ヒドロキシメチル)シクロヘキサン、2.2-ビス-(4-ヒドロキシシクロヘキシル)-プロパン、2.2-ビス-[4-(β-ヒドロキシエトキシ)-フェニル]-プロパン、2-メチルプロパンジオール-1.3、2-メチル-ペニタンジオール-1.5、2.2.4(2.4.4)-トリメチルヘキサンジオール-1.6、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ヘキサントリオール-1.2.6、ブタントリオール-1.2.4、トリス-(β-ヒドロキシエチル)-イソシアヌレート、ペンタエリトリット、マンニットおよびソルビットならびにジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール、キシリレングリコールおよびヒドロキシビバリン酸ネオペンチルグリコールエステルがこれに該当する。

【0040】またラクトンとしてのモノエステルおよびポリエステル、例えばε-カプロラクトンまたはヒドロキシカルボン酸、例えばヒドロキシビバリン酸、Ω-ヒドロキシデカン酸、Ω-ヒドロキシカプロン酸、チオグリコール酸も使用されてよい。前記のポリカルボン酸もしくはその誘導体およびポリフェノールからなるポリエステル、例えばヒドロキノン、ビスフェノール-A、4.4'-ジヒドロキシビフェニルまたはビス-(4-ヒドロキシフェニル)-スルファン；ヒドロキノン、ジフェニロールプロパン、p-キシリレングリコール、エチレングリコール、ブタンジオールまたはヘキサンジオール-1.6および他のポリオールから、例えばホスゲンまたはジエチルカルボネートもしくはジフェニルカルボネートと縮合反応することによって得られるか、または環状カルボネート、例えばグリコールカルボネートまたはビニリデンカルボネートから、公知の方法で重合す

ることによって得られる炭酸のポリエステル；珪酸のポリエステル；リン酸のポリエステル；例えばメタンリン酸、エタンリン酸、 β -クロルエタンリン酸、ベンゾールリン酸またはスチロールリン酸、メタンリン酸クロリド、エタンリン酸クロリド、 β -クロルエタンリン酸クロリド、ベンゾールリン酸クロリドまたはスチロールリン酸クロリド、またはメタンリン酸エステル、エタンリン酸エステル、 β -クロルエタンリン酸エステル、ベンゾールリン酸エステルまたはスチロールリン酸エステルからなるリン酸のポリエステル、および前記の種類のポリアルコールまたはポリフェノール；ホウ酸のポリエステル；ポリシロキサン、例えばジアルキルジクロルシランと水との加水分解およびオレフィン、例えばアルキルアルコールまたはアクリル酸へのポリシロキサン二水和物の付着によって得られるポリアルコールを用いての引き続く処理によって得られる生成物。

【0041】有利なポリエステルは、例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第2410513号明細書中に記載されているように、例えばポリカルボン酸とグリシジル化合物とからの反応生成物でもある。

【0042】使用されてよいグリシジル化合物の例は、2,3-エポキシ-1-プロパノールと炭素原子4~18個を有する一塩基酸とのエステル、例えばグリシジルパルミテート、グルシジルラウレートおよびグリシジルステアレート、炭素原子4~18個を有する酸化アルキレン、例えば酸化ブチレン、およびグルシジルエーテル、例えばオクチルグリシジルエーテルである。

【0043】ジカルボン酸としては、この方法の場合次のI I 項目に総括的に記載されたポリカルボン酸が使用されてよく、モノカルボン酸としては、例えばI I I 項目に記載されているモノカルボン酸も同様に使用されてよい。

【0044】また、有利な成分は、モノマーエステル、例えばジカルボン酸-ビス-(ヒドロキシ(アルコール)エステル、2価を上回るポリオールのモノカルボン酸エステル、および塗料工業において常用の原料から縮合反応によって製造されるオリゴエステルである。このようなものとしては、例えば次のものを評価することができる：I. C原子2~24個、有利に2~10個および非芳香族C原子と結合したOH基2~6個を有するアルコール、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ヘキサンジオール、ヘキサントリオール、ペルヒドロビスフェノール、ジメチロールシクロヘキサン、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリット、ジペンタエリトリット、マンニット；I I. C原子4~36個およびカルボキシル基2~4個を有するジカルボン酸およびポリカルボン酸、ならびにこれらのエステル化可能な誘導体、例えば無水物

およびエステル、例えばフタル酸(無水物)、イソフタル酸、テレフタル酸、アルキルテトラヒドロフタル酸、エンドメチレンテトラヒドロフタル酸無水物、アジピン酸、こはく酸、マレイン酸、フマル酸、二量体脂肪酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、アゼライン酸；I I I. C原子6~24個を有するモノカルボン酸、例えばカブリル酸、2-エチルヘキサン酸、安息香酸、p-七-ブチル安息香酸、ヘキサヒドロ安息香酸、天然油脂のモノカルボン酸混合物、例えばココ椰子油酸、大豆油脂肪酸、リシネン(Ricinen)脂肪酸、水和されかつ異化された脂肪酸、例えば“コンユバンドール(Konjuvandol)”-脂肪酸ならびにこれらの混合物、この場合、脂肪酸ならびにグリセリドは使用可能であり、かつエステル交換および/または脱水下に反応されてよい；I V: C原子1~18個を有する1価のアルコール、例えばメタノール、エタノール、イソブロパノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール、イソデカノール、ノナノール、オクタノール、オレイルアルコール。

【0045】ポリエステルは自体公知の方法で、100~260°C、有利に130~220°Cの温度で不活性ガス雰囲気中で縮合することによって、溶融液の形で、または共沸の運転方法で取得されることが可能、これは例えば、Methoden der Organischen Chemie (Houben-Weyl), 第14/2巻、1~5、21~23、40~44、ゲオルク・ティーメ社(Beorg Thieme Verlag)、シュットガルト在、1963、またはC.R.マルテンス(Martens)著、Alkyd Resins、51~59、Reinhold Plastics Appl. Series, ラインホルト出版社(Reinhold Publishing Comp.)、ニューヨーク在、1961、中に記載されている。

【0046】OH-成分として使用されてよい、有利なアクリレート樹脂は、ホモポリマーまたはコポリマーであり、この場合、例えば次のモノマーが出発物質として選択されてよい：アクリル酸およびメタクリル酸と、C原子2~4個を有する2価の飽和脂肪族アルコールとのエステル、例えば2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート、および相応するメタクリル酸エステル；アクリル酸、およびアルコール成分中にC原子1~18個を有するメタクリル酸アルキルエステル、例えばメタクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、t-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、ステアリルアクリレート、および相応するメタクリル酸エステル；アクリル酸シクロヘキシルエステルおよびメタクリル酸シクロヘキシルエステル；アクリルニトリルおよびメタクリルニトリル、アクリルアミドおよびメタクリルアミド；N-メトキシメチル(メト)アクリル酸アミド。

【0047】特に有利なアクリル樹脂は、次のものから

なるコポリマーである：

- a. アクリル酸またはメタクリル酸と2価アルコールまたは多価アルコールとのエステル、例えばブタンジオールー(1.4)-モノアクリレート、ヒドロキシプロピル(メト)アクリレート；さらにビニルグリコール、ビニルチオエタノール、アリルアルコール、ブタンジオールー1.4-モノビニルエーテル0~50重量%；
- b. アクリル酸またはメタクリル酸と、炭化水素原子1~12個を含有する1価アルコールとのエステル、例えばメチルメタクリレート、エチルアクリレート、n-ブチルアクリレートまたは2-エチルヘキシルアクリレート5~95重量%；
- c. 芳香族ビニル化合物、例えばスチロール、メチルスチロールまたはビニルトルオール0~50重量%；
- d. 官能性基を有する他のモノマー、例えばアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、マレイン酸半エステル、アクリルアミド、メタクリルアミド、アクリルニトリルまたはN-メチロール(メト)アクリルアミドならびにグリシジル(メト)アクリレート0~20重量%、この場合、群a.および/またはb.の含量は少なくとも5重量%である。

【0048】アクリレート樹脂は常法により、即ち溶液重合、懸濁重合、乳化重合または沈殿重合によって製造されることもできるが；しかし有利には、塊重合によって製造されることができ、これに関するUV光を用いて開始されることができる。

【0049】他の重合開始剤としては、常用の過酸化物またはアゾ化合物、例えば過酸化ジベンゾイル、n-ブチルペルベンゾエートまたはアゾジイソブチロニトリルが使用される。分子量は、例えば硫黄化合物、例えばn-ドデシルメルカプタンを用いて調節されてよい。

【0050】有利なポリエーテルは、例えばエポキシド、例えば酸化エチレン、酸化プロピレン、酸化ブチレン、酸化トリメチレン、3,3-ビス-(クロルメチル)-オキサシクロブタン、テトラヒドロフラン、酸化スチロール、ジフェニロールプロパンのビス-(2.5)-エポキシプロピルエーテルまたは単独のエピクロルヒドリンを、例えばBF₃の存在下に重付加することによって製造されることができるか、または反応可能な水素原子を有する出発成分、例えばアルコールまたはアミン、例えば水、エチレングリコール、プロピレングリコール-(1.3)またはプロピレングリコール-(1.2)、ペンタメチレングリコール、ヘキサンジオール、デカメチレングリコール、トリメチロールプロパン、4,4'-ジヒドロキシジフェニルプロパン、アニリン、アンモニア、エタノールアミン、エチレンジアミン、ジ(β-ヒドロキシプロピル)-メチルアミン、ジ-(β-ヒドロキシエチル)-アニリン、ヒドラジンひいてはヒドロキシアルキル化されたフェノール、例えば

ジ(β-ヒドロキシエトキシ)-レソルシンに、場合によっては混合物でまたは順次に、このエポキシを付加することによって、製造されることができる。

【0051】同様にヒドロキシ基を有するポリウレタンおよび/またはポリ尿素が使用されてよい。

【0052】使用可能なエポキシ樹脂は、例えばドイツ連邦共和国特許出願公開第2945113号明細書中に記載されている。

【0053】ポリヒドロキシ化合物としては、もちろん多数の物質の混合物も使用されてよい。

【0054】ヒドロキシ基含有ポリマーと、遮断剤含有ポリイソシアネート(架橋剤)との混合比は、一般にOH基1個に対して、NCO基0.5~1.2個、有利に0.8~1.1個、特に極めて有利に1.0個となるよう選択される。

【0055】熱硬化性粉末塗料のゲル化速度を上げるために、触媒が添加されてよい。遮断反応の場合と同一の触媒が使用される。特に適当な触媒は、オルガノ錫化合物、例えばジブチル錫ジラウレート(DBTL)または錫-II-オクトエート及びアミン、例えば1,5-ジアザビシクロ[4.3.0]ノン-5-エン(DBN)、1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン(DABCO)、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデセ-7-エン(DBU)および4-(ジメチルアミノ)-ピリジン(DMAP)である。使用される触媒の量は、本発明によるポリイソシアネートからの既に含有されている触媒量を含めて、0.03~3質量%である。

【0056】イソシアネート成分は、PUR-粉末塗料の製造のため、適当なヒドロキシル基含有ポリマー、および助剤および添加剤と一緒に混合される。常用の助剤および添加剤には、例えばシリコーン油および液状アクリレート樹脂、顔料、染料、充填剤、触媒、チキソトローフ剤、UV-安定化剤および酸化防止剤が属する。これらの物質の量は、固定の結合剤の量に対して、広い範囲内で変動してよい。混合後、粉末は溶融液の形で均質化される。このことは、適当な装置、例えば加熱可能な混練機中で、しかし有利に押出しによって行われてよく、この場合、130~150°Cの温度範囲は超過されなければならない。押出された材料は、室温に冷却された後、かつ適当に粉碎された後、粒度250μm未満、有利に100μm未満を有する噴霧用粉末になるまで磨碎される。引続き、場合によっては粗大破片が篩別によって除去され、かつミルへと返送される。

【0057】適当な支持体上への噴霧用粉末の塗布は、公知の方法、例えば静電粉末噴霧、流動焼結、静電流動焼結によって行われてよい。粉末塗布後、被覆された部品は硬化のため、130~220°Cの温度に60~1分間、有利に140~200°Cに30~3分間加熱される。

【0058】本発明による粉末塗料を用いて被覆するた

めには、機械的性質の損失なしに前記硬化温度を耐える全ての支持体、例えば金属、ガラス、セラミックまたはプラスチックが適当である。

【0059】イソシアネート成分は、溶剤を有するPUR-1成分系焼き付け塗料を製造するため、そのために適當な溶剤中に溶解されてよく、かつこの使用範囲に適當なヒドロキシル基含有ポリマーを用いて均質化され、かつ前記添加剤を用いた公知の方法で処方されてよい。本発明による1成分系焼き付け塗料に適當な溶剤は、下限の沸点が約100°Cであるようなものである。溶剤の沸点の上限は、そのつどの焼き付け温度に依存する。高温で焼き付けられる場合、使用すべき溶剤の沸点は高温でなくてはならない。溶剤としては、特に次のものがこれに該当する：炭化水素、例えばトルオール、キシロール、SOLVESSO（登録商標）100、150および200（エッソ社(Firma Esso)の芳香族化合物混合物）、テトラリン、デカリン、エステル、例えば酢酸ブチルエステルおよび酢酸ヘキシルエステル、エチレングリコールアセテート、ブチルグリコールアセテート、メトキシプロピルアセテート(MOP-A)等、ケトン、例えばメチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、イソホロン。前記の溶剤は、混合物としても使用されてよい。

【0060】PUR-1成分系-焼き付け塗料は、殊に金属表面、ひいては他の材料、例えばガラスまたはプラスチックからなる物体上での塗布に適當である。本発明による塗料は、また耐候性の一層および二層の塗装のためのコイルコーティング塗装の場合にも使用されてよい。溶剤を含有する、場合によっては顔料着色された塗料系の塗布は、ドクター塗布、ロール塗布、噴霧、注型等によって行われる。本発明による1成分系PUR-焼き付け塗料の硬化は、-使用に応じて-130～350°C、有利に150～300°Cの温度範囲内で、30分～30秒の時間で行われる。

B ポリエステル

次の第1表は、PUR-粉末塗料を処方するために使用される市販ポリエステルの概要を示す。

第1表：

例	製造業者 国	名 称	化学的および物理的な特性データ				
			OH値 [mg KOH/g]	酸 値 [mg KOH/g]	溶融範囲 [°C]	ガラス転移温度 [°C]	160°Cでの 粘度 [mPa·s]
1	ヘキスト社 Hoechst AG (イタリア)	ALFTALAT AN 739	55 - 60	2 - 4	82 - 90	> 50	24-29 000
2	DSM オランダ	URALAC P 1460	38 - 41	4 - 4.5	70 - 75	50	40 000

【0066】C ポリウレタン-粉末塗料

一般的な製造工程

【0061】

【実施例】A 本発明による化合物の製造

例1

ノルボルナンジイソシアネート54重量部およびジブチル錫ジラウレート0.1gに、約80°Cで、カプロラクタム37重量部およびトリメチロールプロパン8.9重量部を添加した。反応を完了するため、反応混合物を120～150°Cでなお約1時間維持した。

【0062】遊離NCO含量：0.3%

全NCO含量： 13.7%

融点： 62～65°C

例2

ノルボルナンジイソシアネート63重量部およびジブチル錫ジラウレート0.1gを、アセトン中60%で約50°Cに加熱した。この温度で、1, 2, 4-トリアゾール26.9重量部およびトリメチロールプロパン10重量部を徐々に滴加した。次に遊離NCO含量が0.1%未満に達するまで、反応混合物を50～60°Cで後加熱した。

【0063】遊離NCO含量：0.1%未満

全NCO含量： 16.4%

融点： 93～96°C

例I（例1との比較例）

イソホロンジイソシアネート56重量部およびジブチル錫ジラウレート0.1gに、約80°Cで、カプロラクタム35.5重量部およびトリメチロールプロパン8.4重量部を添加した。反応を完了するため、反応混合物を120～150°Cでなお約1時間維持した。

【0064】遊離NCO含量：0.4%

全NCO含量： 13.0%

融点： 83～89°C

【0065】

【表1】

粉碎された生成物—遮断されたポリイソシアネート（架橋剤）、ポリエステル、流展剤マスター・バッチ、場合によっては触媒マスター・バッチを、場合によっては白色顔料と一緒にエッジランナーミル中で強力に混合し、引続き最高130°Cまでの押出機中で均質化する。冷却後、押出物を破碎し、ピン型ミルを用いて粒度100μm未満に磨碎する。こうして得られた粉末を静電粉末噴霧装置を用いて60キロボルトで、脱脂された、場合によっては前処理された鉄薄板上に塗布し、かつ空気循環乾燥

箱中で150~200°Cの温度で焼き付ける。

【0067】流展剤—マスター・バッチ

流展剤—市場で一般的なポリアクリル酸-n-ブチルエステル-10重量%を、相応するポリエステル中で溶融液の形で均質化させ、かつ硬化後粉碎する。

【0068】触媒—マスター・バッチ

触媒—DBTL-5重量%を、相応するポリエステル中で溶融液の形で均質化し、かつ硬化後粉碎する。

【0069】以下の表中の略記は次のものを意味する：

SD	= μmでの層厚
ET	= mmでのエリクセンによる深さ (DIN 53156)
GS	= 賽の目試験 (DIN 53151)
GG 60°)	= ガードナーによる光沢の計測 (ASTM-D 5233)
Impact	= インチ・lbでの衝撃 (ASTM 2794-84)
Imp. rev.	= g·mでの裏面衝撃

【0070】

C1 顔料着色された粉末塗料

第2表：

例 C 处方	1	2	3 ¹	4 ¹	5	6	7 ¹	8 ¹	9	10 ¹	11	12 ¹
Aの例(1)による架橋剤(1)	23,51 (1)	23,51 (1)	19,75 (1)	19,75 (1)	19,61 (1)	19,61 (1)	18,33 (1)	16,33 (1)	21,63 (2)	16,50 (2)	17,56 (2)	14,53 (2)
B1によるポリエスチル	76,49	76,49	80,25	80,25			-	-	78,37	83,50	-	-
B2によるポリエスチル	-	-	-	-	80,38	80,38	83,67	83,67	-	-	82,44	85,47
備考	全处方物は TiO ₂ (白色顔料) 40重量%、ならびに流展剤およびベンゾインそれぞれ0.5重量%、ならびにDBTL 0.1重量%を含有する； OH/NCO 比は 1 : 1 ; x : 1 : 0.8 である。											
塗料特性データ												
SD	70-83	50-85	75-95	80-96	80-97	92-97	42-71	73-90	57-73	70-85	100-107	74-91
GG 60°)	93	93	83	93	95	95	95	95	89	88	91	91
GS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ET	9	> 10	4	> 10	10	> 10	> 10	> 10	10	> 10	> 10	> 10
Impact	100	> 160	40	> 160	> 160	> 160	> 160	> 160	100	50	150	> 160
Impact rev.	20	> 160	20	> 160	80	> 160	160	> 160	20	< 10	40	30
流展	完全に平滑な表面											
硬化 (T[°C]×[分])	200/6	200/8	200/8	200/8	200/6	200/8	200/6	200/8	160/15	160/15	160/25	160/25

【0071】

【表3】

C 2 顔料着色された粉末塗料-比較例

第3表:

例 C 処方	1	2	3 ⁴	4 ⁴	5	6
Aの例()による 架橋剤 [g]	24.45 (1)	24.45 (1)	20.56 (1)	20.56 (1)	20.35 (1)	20.35 (1)
B1によるポリ エステル [g]	75.55	75.55	79.43	78.43	-	-
B2によるポリ エステル [g]	-	-	-	-	78.65	79.65
備考	全処方物は TiO ₂ (白色顔料) 4.0 重量%、ならびに流成剤および ベンゾインそれぞれ 0.5 重量%、ならびに D81L 0.1 重量%を 含有する; OH/NCO 比は 1 : 1 ; x) 1 : 0.8 である。					
塗料特性データ						
SD	74 - 81	54 - 63	40 - 50	40 - 50	86 - 116	86 - 97
GG 60 γ	92	92	91	91	94	94
GS	0	0	0	0	0	0
ET	4	9	3	10	2	> 10
Impact	60	140	40	120	40	100
Impact rev.	< 10	140	< 10	100	< 10	100
流展	軽い樹皮構造					
硬化 (T[°C]±[分])	200/6	200/8	200/6	200/8	200/6	200/8

【0072】

【発明の効果】塗膜は、傑出した塗料工業の特性、殊に可撓性および耐候性を有する。

【0073】得られた焼き付け塗料および粉末塗料は、

公知の塗料に対して有利な経済性、低い溶融粘度、および改善された流展および高い反応性のような、被覆への一定の品質要求を示す。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 08 G 18/79		C 08 G 18/79	W
C 09 D 5/03		C 09 D 5/03	
175/04		175/04	
// C 08 G 18/42		C 08 G 18/42	Z
18/48		18/48	Z
18/58		18/58	
18/62		18/62	
18/64		18/64	